

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-133636

(43)Date of publication of application : 10.05.2002

(51)Int.Cl.

G11B 5/70  
G11B 5/738  
H01F 1/047  
H01F 1/08**10/507133**

(21)Application number : 2000-332964

(71)Applicant : HITACHI MAXELL LTD

(22)Date of filing : 31.10.2000

(72)Inventor : MOCHIZUKI TAKEMOTO  
OCHI MUNEYOSHI  
NAKIRI KAZUHIKO  
TANAKA KENJI

## (54) MAGNETIC DISK

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a magnetic disk which has a large capacity, shows a high reproduction output and a high output/noise ratio when an MR head is used.

**SOLUTION:** In this magnetic disk, in which an undercoat layer of at least one layer and a magnetic layer are formed in this order on one of the surfaces of a non-magnetic base material, the thickness of the magnetic layer is in the range of 0.01 to 0.10  $\mu\text{m}$ , and the variation in thickness of the magnetic layer is 15% or smaller. By this, a high-capacity magnetic disk can be obtained. Particularly, the magnetic disk, which has the high reproduction output and the high output/noise ratio when the MR head is used, can be obtained.

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-133636

(P2002-133636A)

(43)公開日 平成14年5月10日(2002.5.10)

(51)Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームト(参考)
G 1 1 B	5/70	G 1 1 B	5D006
	5/738		5E040
H 0 1 F	1/047	H 0 1 F	H
	1/08		J

審査請求 未請求 請求項の数4

O L

(全9頁)

(21)出願番号 特願2000-332964(P2000-332964)

(22)出願日 平成12年10月31日(2000.10.31)

(71)出願人 000005810

日立マクセル株式会社

大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号

(72)発明者 望月 丈幹

大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社内

(72)発明者 越智 宗義

大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社内

(74)代理人 100077920

弁理士 折寄 武士

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気ディスク

(57)【要約】

【課題】 高容量の磁気ディスク、特に、MRヘッドを使用した場合の再生出力、出力対ノイズ比が高い磁気ディスクを提供する。

【解決手段】 非磁性支持体上の一面に、少なくとも一層の下塗層と、磁性層とがこの順に形成した磁気ディスクにおいて、磁性層の厚さが0.01~0.10μm、該磁性層の厚みむらを15%以下とする。これにより、高容量の磁気ディスクが得られる。特に、MRヘッドを使用した場合の再生出力、出力対ノイズ比が高い磁気ディスクが得られる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非磁性支持体上の少なくとも一面に、少なくとも一層の下塗層と、磁性層とがこの順に形成された磁気ディスクにおいて、前記磁性層の厚さが  $0.01 \sim 0.10 \mu\text{m}$ 、前記磁性層の厚みむらが  $15\%$  以下であることを特徴とする磁気ディスク。

【請求項 2】 前記磁性層の厚さ ( $d_1$ ) と下塗層の厚さ ( $d_2$ ) との比 ( $d_2/d_1$ ) が  $10$  以上  $100$  以下である請求項 1 記載の磁気ディスク。

【請求項 3】 磁気抵抗効果型素子を利用した再生ヘッドによって磁気記録信号が再生される請求項 1 または 2 記載の磁気ディスク。

【請求項 4】 前記磁性層における保磁力が  $160 \sim 320 \text{ kA/m}$ 、トラック長手方向の残留磁束密度と厚さとの積が  $0.0018 \mu\text{Tm}$  以上  $0.04 \mu\text{Tm}$  以下である、請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の磁気ディスク。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、記録密度容量、アクセス速度、データ書込・読出速度が高く、特に磁気抵抗効果素子を利用した再生ヘッド（以下、MRヘッドともいう）を使用する磁気ディスクに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 磁気記録媒体は、オーディオテープ、ビデオテープ、コンピューターテープ、ディスクなど種々の用途があるが、特にデジタル方式に代表される磁気記録媒体の分野では年々高密度化され、たとえば磁気ディスクにおいては、ソフトの大型化、ハードディスクの大容量化、デジタルカメラ等の画像記録の発達に伴い、 $3.5$  インチ  $120 \text{ MB}$  以上の記憶容量のものが商品化されている。今後も磁気ディスクの高容量化は不可欠であり、大容量を短時間で処理するためにアクセス速度、データ書込・読出速度を大きくすることも要求され、磁性層の薄型化、磁気ディスクの耐久性向上が進められている。

【0003】 このような高記録密度・高容量化、高速処理化に対応する磁気ディスクにおいては、磁性層の超薄型化 ( $0.02 \sim 0.5 \mu\text{m}$ ) による記録波長の低減（厚み損失の低減）、強磁性粉の磁気特性・分散性の向上による磁性層の改良による高記録密度化（記録波長とトラック幅の低減）が必要である。磁性層厚さを薄くすると、磁性層全体が飽和記録されるので、磁性層厚さのばらつきが出力のばらつきに直結する。また、記録波長とトラック幅の低減により記録密度を高くするとディスクからの漏れ磁束が小さくなるため、再生ヘッドに微小磁束でも高い出力が得られる MRヘッドを使用する必要がある。さらに、磁気ディスクの表面性改良による磁気ヘッドとのスペーシングロスの低減、下塗層、磁性層の機械的特性の最適化等による磁気ディスクの耐久性向上手段

などが必要となってきた。

【0004】 MRヘッド対応の磁気記録媒体には、例えば特開平  $11-238225$  号、特開平  $2000-40217$  号、特開平  $2000-40218$  号に記載されたものがある。これらの従来技術では、磁気記録媒体の磁束（残留磁束密度と厚さの積）を特定の値に制御して MRヘッドの出力の歪を防止したり、磁性層表面のへこみを特定の値以下にして MRヘッドのサーマル・アスペリティを低減したりしている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、従来公知の磁気記録媒体においては、磁性層の厚さむらのために、MRヘッドによる再生出力の変動が大きく、出力対ノイズ比 ( $C/N$ ) が小さいという問題があった。

【0006】 すなわち、磁性層厚さが  $0.1 \mu\text{m}$  以下と極めて薄くなると磁性層全体が磁化され、MRヘッドを用いて再生する場合には、出力は磁束（残留磁束密度と磁性層厚さの積）に比例するため、磁性層の厚さむらがそのまま出力変動になる。したがって、磁性層厚さが  $0.1 \mu\text{m}$  と薄い場合には、磁性層の厚さむらを  $15\%$  以下にする必要があるが、従来の方法で得られる磁性層の厚さむらは、 $20\%$  程度が限界であった。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 上記のような問題を解消するため、本発明者らが鋭意検討したところ、磁性層の厚さが  $0.1 \mu\text{m}$  以下と薄い場合に関して、磁性層の厚みむらを低減するためには、遠赤外線加熱によって下塗層と磁性層とを同時に乾燥すれば良いことが明らかになった。すなわち、従来の加熱乾燥法では、熱が表面から伝わるために磁性層表面が先に乾燥し、内部から出てくる溶剤が蒸発する際に、磁性層を乱し、これが磁性層厚さむらの原因になる。これに対して、遠赤外線加熱で乾燥すると、下塗層のカーボンブラックや磁性層の磁性粉末が遠赤外線によって直接加熱されるため、下塗層と磁性層が同時、且つ均一に乾燥し、磁性層厚さが  $0.1 \mu\text{m}$  以下と薄い場合にも、磁性層の厚さむらが  $15\%$  以下になることを見出した。

【0008】 本発明は、以上の知見をもとにして、完成されたものである。すなわち、本発明は、非磁性支持体上の少なくとも一面に、少なくとも一層の下塗層と、磁性層とがこの順に形成された磁気ディスクにおいて、磁性層の厚さが  $0.01 \sim 0.10 \mu\text{m}$ 、磁性層の厚みむらが  $15\%$  以下であることを特徴とする磁気ディスク（請求項 1）と、磁性層の厚さ ( $d_1$ ) と下塗層の厚さ ( $d_2$ ) との比 ( $d_2/d_1$ ) が  $10$  以上  $100$  以下である磁気ディスク（請求項 2）と、磁気抵抗効果型素子を利用した再生ヘッドによって磁気記録信号が再生される磁気ディスク（請求項 4）と、磁性層における厚さが  $0.01 \sim 0.1 \mu\text{m}$ 、保磁力が  $160 \sim 320 \text{ kA/m}$ 、トラック長手方向の残留磁束密度 ( $B_r$ ) と磁性層厚さとの

積 ( $Br \cdot d1$ ) が  $0.0018 \mu Tm$  以上  $0.04 \mu Tm$  以下である磁気ディスク (請求項4) とに係るものである。なお、本発明でいう粒径は、特に断らない限り、粒子100個あたりの平均粒径を意味する。また、トラック長手方向とは、トラックが延びる方向、言い換えればディスク回転方向をいう。

#### 【0009】

【発明の実施の形態】非磁性支持体上の一面に、少なくとも一層の下塗層と、厚さが  $0.01 \sim 0.10 \mu m$  の磁性層とがこの順に形成された磁気ディスクにおいて、磁性層の厚みむらを低減する方法について検討した結果、非磁性支持体上に、下塗層を形成し、その上にウエット・オン・ウエットで形成した磁性層を遠赤外線乾燥すると、磁性層厚さのむらの非常に小さい磁気ディスクが得られることが判明した。この場合、磁性層の厚さむらは15%以下が好ましい。15%以下が好ましいのは、15%を超える磁性層厚さむらがあると、MRヘッドで再生した時の出力変動が大きくなるためである。磁性層の厚さむらは小さければ小さい程よいが、1%未満の磁性層厚さむらの実現は難しいので、通常1~15%である。1~12%がより好ましく、1~10%がさらに好ましい。磁性層の厚さ ( $d1$ ) と下塗層の厚さ ( $d2$ ) との比 ( $d2/d1$ ) は10以上100以下が好ましく、20以上100以下がより好ましく、40以上100以下がさらに好ましい。この範囲が好ましいのは、10未満では耐久性が悪くなる傾向にあり、100を超えると磁気ディスク全体の厚さが厚くなり、製造のコストアップの要因になるばかりでなく、ウエット・オン・ウエットでの塗膜形成が難しくなるためである。

【0010】磁性層厚さは  $0.01 \sim 0.10 \mu m$  が好ましく、 $0.02 \sim 0.10 \mu m$  がさらに好ましく、 $0.02 \sim 0.07 \mu m$  がさらに好ましい。この範囲が好ましいのは、磁性層の厚さが  $0.01 \mu m$  未満の場合、厚さむらを15%未満にすることが難しく、 $0.10 \mu m$  を越えると、厚み損失により出力低下が起こるからである。磁性層の保磁力は、 $160 \sim 320 kA/m$  が好ましく、 $200 \sim 320 kA/m$  がより好ましい。この範囲が好ましいのは、 $160 kA/m$  未満では記録波長を短くすると反磁界減磁で出力低下が起こり、 $320 kA/m$  を越えると磁気ヘッドによる記録が困難になるためである。トラック長手方向の残留磁束密度 ( $Br$ ) と磁性層厚さ ( $d1$ ) との積 ( $Br \cdot d1$ ) は、 $0.0018 \mu Tm$  以上  $0.04 \mu Tm$  以下が好ましく、 $0.0036 \mu Tm$  以上  $0.04 \mu Tm$  以下がより好ましく、 $0.004 \mu Tm$  以上  $0.028 \mu Tm$  以下がさらに好ましい。この範囲が好ましいのは、 $0.0018 \mu Tm$  未満では、MRヘッドによる再生出力が小さく、 $0.04 \mu Tm$  を越えるとMRヘッドによる再生出力が歪みやすいからである。このような磁性層からなる磁気ディスクは、記録波長を短くでき、しかも、MRヘッドで再生した時の再生出力を大きくでき、さらに

は再生出力の歪を低減できて出力対ノイズ比を大きくできるので好ましい。

【0011】下塗層において、当該下塗層中の全無機粉体の重量を基準にして、粒径  $10 \sim 100 nm$  のカーボンブラックを15~35重量%、粒径  $0.05 \sim 0.20 \mu m$  の非磁性の酸化鉄を35~83重量%含有させると、ウエット・オン・ウエットで、その上に形成した磁性層の厚さむらが小さくなるので好ましい。以下、各構成要素について詳述する。

10 【0012】<非磁性支持体>非磁性支持体の厚さは、用途によって異なるが、通常  $30 \sim 100 \mu m$  のものが使用される。 $30 \mu m$  未満では磁気ディスクの強度が弱く、 $100 \mu m$  を越えるとコストアップになるばかりでなく、磁気ディスクの剛性が高くなりすぎ、ヘッドタッチを良くするためにヘッドを押さえつけるスプリングを強くすると、磁気ディスクの磁性面が傷つきやすくなるためである。非磁性支持体には通常ヤング率  $5.07 \sim 15.20 GPa$  ( $500 \sim 1500 kg/mm^2$ ) のものが使用される。

20 【0013】非磁性支持体には、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、芳香族ポリイミド、芳香族ポリアミドが使用される。

【0014】<下塗層>下塗層の厚さは、磁性層の厚さ ( $d1$ ) と下塗層の厚さ ( $d2$ ) との比 ( $d2/d1$ ) が10以上100以下となるように設定する。この比 ( $d2/d1$ ) は、20以上100以下がより好ましく、40以上100以下がさらに好ましい。この範囲が好ましいのは、10未満では、磁性層の厚さむら低減効果が小さく、100を超えると磁気ディスク全体の厚さが厚くなり、製造のコストアップの要因になるばかりでなく、ウエット・オン・ウエットでの塗膜形成が難しくなるためである。

30 【0015】下塗層には、導電性改良の目的でカーボンブラック、ディスク剛性を制御する目的で酸化鉄を添加する。下塗層において、当該下塗層中の全無機粉体の重量を基準にして、粒径  $10 \sim 100 nm$  のカーボンブラックを15~35重量%、長軸長  $0.05 \sim 0.20 \mu m$ 、短軸長  $5 \sim 200 nm$  の非磁性の酸化鉄を35~83重量%含有させると、ウエット・オン・ウエットで、その上に形成し、遠赤外線乾燥した磁性層の厚さむらが小さくなるので好ましい。なお、非磁性酸化鉄は通常針状であるが、粒状または無定形の非磁性酸化鉄を使用する場合には粒径  $5 \sim 200 nm$  の酸化鉄が好ましい。

40 【0016】下塗層に添加するカーボンブラック (以下、CBともいう) としては、アセチレンブラック、ファーネスブラック、サーマルブラック等を使用できる。粒径が  $5 nm \sim 200 nm$  のものが使用されるが、粒径  $10 \sim 100 nm$  のものが好ましい。この範囲が好ましいのは、カーボンブラックがストラクチャーを持っているため、粒径が  $10 nm$  以下になるとCBの分散が難し

く、100 nm以上では平滑性が悪くなるためである。CB添加量は、CBの粒子径によって異なるが、15～35重量%が好ましい。この範囲が好ましいのは、15重量%未満では導電性向上効果が乏しく、35重量%を越えると効果が飽和するためである。粒径15 nm～80 nmのCBを15～35重量%使用するのがより好ましく、粒径20 nm～50 nmのCBを20～30重量%用いるのがさらに好ましい。このような粒径・量のカーボンブラックを添加することにより電気抵抗が低減され、静電ノイズの発生が小さくなると共に、遠赤外線乾燥した磁性層の厚さむらが小さくなる。

【0017】下塗層に添加する非磁性の酸化鉄としては、針状の場合、長軸長0.05～0.20 μm、短軸長5～200 nmのものが好ましく、粒状または無定形のものでは、粒径5～200 nmが好ましい。なお、針状のものが磁性層の配向がよくなるのでより好ましい。添加量は、35～83重量%が好ましい。この範囲の粒径（針状の場合は短軸長）が好ましいのは、粒径5 nm未満では均一分散が難しく、200 nmを越えると下塗層と磁性層の界面の凹凸が増加するためである。この範囲の添加量が好ましいのは、35重量%未満では塗膜強度向上効果が小さく、83重量%を越えると反って塗膜強度が低下するためである。

【0018】＜潤滑剤＞下塗層と磁性層からなる塗布層に、役割の異なる潤滑剤を使用する。下塗層には全粉体に対して0.5～4.0重量%の高級脂肪酸を含有させ、2.0～14.0重量%の高級脂肪酸のエステルを含有させると、テープと回転シリンダとの動摩擦係数（以下、単に摩擦係数という）が小さくなるので好ましい。この範囲の高級脂肪酸添加が好ましいのは、0.5重量%未満では、摩擦係数低減効果が小さく、4.0重量%を越えると下塗層が可塑化してしまい強靱性が失われるからである。また、この範囲の高級脂肪酸のエステル添加が好ましいのは、2.0重量%未満では、摩擦係数低減効果が小さく、14.0重量%を越えると磁性層への移入量が多すぎるため、磁気ディスクと磁気ヘッドが貼り付く等の副作用があるためである。

【0019】下塗層に使用する潤滑剤は、磁性層にも使用できるが、脂肪酸は脂肪酸エステルよりも磁性層への浸出性に劣るため、通常、下塗層には脂肪酸エステルの添加比率を高くする。下塗層・磁性層用に使用する潤滑剤は、従来公知の脂肪酸、脂肪酸エステル等の何れでもよいが、中でも、炭素数10以上、好ましくは12～30の脂肪酸と、融点35℃以下、好ましくは10℃以下の脂肪酸エステルとを併用するのが好ましい。

【0020】炭素数10以上の脂肪酸としては、直鎖、分岐、シス・トランスなどの異性体のいずれでもよいが、潤滑性能にすぐれる直鎖型が好ましい。このような脂肪酸としては、たとえば、ラウリン酸、ミリスチン酸、ステアリン酸、パルミチン酸、ペヘン酸、オレイン

酸、リノール酸などが挙げられる。これらの中でも、ミリスチン酸、ステアリン酸、パルミチン酸などが好ましい。

【0021】融点35℃以下の脂肪酸エステルには、オレイン酸n-ブチル、オレイン酸ヘキシル、オレイン酸n-オクチル、オレイン酸2-エチルヘキシル、オレイン酸オレイル、ラウリン酸n-ブチル、ラウリン酸ヘプチル、ミリスチン酸n-ブチル、オレイン酸n-ブトキシエチル、トリメチロールプロパントリオレート、ステアリン酸n-ブチル、ステアリン酸s-ブチル、ステアリン酸イソアミル、ステアリン酸ブチルセロソルブなどがある。これら脂肪酸エステルは、分子量や構造の違い、融点の違いにより、油膜強度や油出量を制御できるので、組み合わせによる最適化を行つてもよい。上記融点を有することにより、低温低温下にさらされても、磁性層と磁気ヘッドとの高速摺接時に磁性層表面に容易に滲出移行し、そのすぐれた潤滑作用を効果的に発揮させることができる。

【0022】磁性層において、強磁性粉末に対して0.5～3.0重量%の脂肪酸を含有させ、1.0～10.0重量%の高級脂肪酸のエステルを含有させると、磁気ディスクとヘッドとの摩擦係数が小さくなるので好ましい。この範囲の脂肪酸が好ましいのは、0.5重量%未満ではヘッド/磁性層界面での直接接触が起りやすく焼き付き防止効果が小さく、3.0重量%を越えるとブリードアウトしてしまいドロップアウトなどの欠陥が発生するからである。また、上記範囲の高級脂肪酸のエステル添加が好ましいのは、1.0重量%未満では摩擦係数低減効果が小さく、10.0重量%を越えると磁気ディスクとヘッドが貼り付く等の副作用があるためである。なお、磁性層の潤滑剤と下塗層の潤滑剤との相互移動を排除するものではない。

【0023】＜磁性層＞磁性層の厚さは上述のように、0.01 μm以上0.1 μm以下が好ましく、0.02 μm以上0.1 μm以下がより好ましい。この範囲が好ましいのは、0.01 μm未満では、磁性層の磁束が小さいためにMRヘッドによる再生出力が小さくなり、0.1 μmを越えると、MRヘッド再生出力が歪やすくなるためである。上述のように、トラック長手方向の磁性層の保磁力は、160～320 kA/mが好ましく、200～320 kA/mがより好ましい。この範囲が好ましいのは、160 kA/m未満では記録波長を短くすると反磁界減磁で出力低下が起こり、320 kA/mを越えると磁気ヘッドによる記録が困難になるためである。トラック長手方向の残留磁束密度と磁性層厚さの積0.0018 μTm以上0.04 μTm以下が好ましく、0.0036 μTm以上0.04 μTm以下がより好ましく、0.004 μTm以上0.028 μTm以下がさらに好ましい。この範囲が好ましいのは、0.0018 μTm未満では、MRヘッドによる再生出力が小さく、0.04 μTmを越えるとMR

ヘッドによる再生出力が歪みやすいからである。このような磁性層からなる磁気記録媒体は、記録波長を短くでき、しかも、MRヘッドで再生した時の再生出力を大きくでき、しかも再生出力の歪が小さく出力対ノイズ比を大きくできるので好ましい。

【0024】磁性層に添加する磁性粉には、強磁性鉄系金属粉末、六方晶バリウムフェライト粉末が使用される。強磁性鉄系金属粉末、六方晶バリウムフェライト粉末の保磁力は、160～320 kA/mが好ましく、飽和磁化量は、強磁性鉄系金属粉末では、120～200 A・m<sup>2</sup>/kg (120～200 emu/g) が好ましく、130～180 A・m<sup>2</sup>/kg (130～180 emu/g) がより好ましい。六方晶バリウムフェライト粉末では、50～70 A・m<sup>2</sup>/kg (50～70 emu/g) が好ましい。なお、この磁性層の磁気特性と、強磁性粉末の磁気特性は、いずれも試料振動形磁束計で外部磁場1.28 MA/m (16 kOe) での測定値をいうものである。

【0025】また、本発明の強磁性鉄系金属粉末の平均長軸長としては、0.03～0.2 μmが好ましく、0.03～0.18 μmがより好ましく、0.04～0.15 μmがさらに好ましい。この範囲が好ましいのは、平均長軸長が0.03 μm未満となると、磁性粉の凝集力が增大するため塗料中への分散が困難になり、0.2 μmより大きいと、保磁力が低下し、また粒子の大きさに基づく粒子ノイズが大きくなる。また、六方晶バリウムフェライト粉末では、同様な理由により、板径5～200 nmが好ましい。なお、上記の平均長軸長、粒径は、走査型電子顕微鏡 (SEM) にて撮影した写真の粒子サイズを実測し、100個の平均値により求めたものである。また、この強磁性鉄系金属粉末のBET比表面積は、35/g以上が好ましく、40/g以上がより好ましく、50/g以上が最も好ましい。六方晶バリウムフェライト粉末のBET比表面積は、1～100/g以上が好ましく用いられる。

【0026】下塗層、磁性層に含有させる結合剤としては、塩化ビニル樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂、塩化ビニル-ビニルアルコール共重合樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール共重合樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル-無水マレイン酸共重合樹脂、塩化ビニル-水酸基含有アルキルアクリレート共重合樹脂、ニトロセルロースなどの中から選ばれた少なくとも1種とポリウレタン樹脂とを組み合わせたものをを用いることができる。中でも、塩化ビニル-水酸基含有アルキルアクリレート共重合樹脂とポリウレタン樹脂を併用するのが好ましい。ポリウレタン樹脂には、ポリエステルポリウレタン、ポリエーテルポリウレタン、ポリエーテルポリエステルポリウレタン、ポリカーボネートポリウレタン、ポリエステルポリカーボネートポリウレタンなどがある。

【0027】官能基としてCOOH、SO<sub>3</sub>M、OSO<sub>2</sub>M、P=O(OM)<sub>2</sub>、O=P=O(OM)<sub>2</sub> [Mは水素原子、アルカリ金属塩基又はアミン塩]、OH、N<sup>+</sup>R'R'', N<sup>+</sup>R'''R''''R''''' [R', R'', R''', R''', R''''は水素または炭化水素基]、エポキシ基を有する高分子からなるウレタン樹脂等の結合剤が使用される。このような結合剤を使用するのは、上述のように磁性粉等の分散性が向上するためである。2種以上の樹脂を併用する場合には、官能基の極性を一致させるのが好ましく、中でも-SO<sub>3</sub>M基どうしの組み合わせが好ましい。

【0028】これらの結合剤は、強磁性粉末100重量部に対して、7～50重量部、好ましくは10～35重量部の範囲で用いられる。特に、結合剤として、塩化ビニル系樹脂5～30重量部と、ポリウレタン樹脂2～20重量部とを、複合して用いるのが最も好ましい。

【0029】これらの結合剤とともに、結合剤中に含まれる官能基などと結合させて架橋する熱硬化性の架橋剤を併用するのが望ましい。この架橋剤としては、トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネートなどや、これらのイソシアネート類とトリメチロールプロパンなどの水酸基を複数個有するものとの反応生成物、上記イソシアネート類の縮合生成物などの各種のポリイソシアネートが好ましい。これらの架橋剤は、結合剤100重量部に対して、通常3～50重量部の割合で用いられる。より好ましくは3～20重量部である。

【0030】また、磁性層には従来公知の研磨材を添加することができる。これらの研磨材としては、α-アルミナ、β-アルミナ、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、α-酸化鉄、コランダム、人造ダイヤモンド、窒化珪素、炭化珪素、チタンカーバイド、酸化チタン、二酸化珪素、窒化ホウ素、など主としてモース硬度6以上のものを単独でまたは組み合わせて使用できる。これらの中でもアルミナは高硬度で少量の添加量でヘッドクリーニング効果に優れるため特に好ましい。研磨材の粒径としては、0.01～0.1 μmと薄い磁性層では、通常平均粒径で0.002～0.15 μmとすることが好ましく、粒径0.005～0.10 μmがより好ましい。添加量は強磁性粉末に対して5～20重量%が好ましい。より好ましくは8～18重量%である。

【0031】さらに、本発明の磁性層には導電性向上と表面潤滑性向上を目的に従来公知のカーボンブラック (CB) を添加することができるが、これらのCBとしては、アセチレンブラック、ファーネスブラック、サーマルブラック等を使用できる。粒子径が5 nm～200 nmのものが使用されるが、粒径10 nm～100 nmのものが好ましい。この範囲が好ましいのは、粒径が5 nm以下になるとCBの分散が難しく、200 nm以上では多量のCBを添加することが必要になり、何れの場合

合も表面が粗くなり、出力低下の原因になるためである。添加量は強磁性粉末に対して0.2~5重量%が好ましい。より好ましくは0.5~4重量%である。

【0032】上述の磁気ディスクは、磁性層厚さが0.1  $\mu\text{m}$ 以下と薄い場合にも、磁性層の厚みむらが15%以下であり、MR再生ヘッドを使用した場合の再生出力、\*

\*出力対ノイズ比が高く、優れている。

【0033】

【実施例】以下に実施例によって本発明を詳しく説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、実施例、比較例の部は重量部を示す。

【0034】

#### 実施例1：

##### 《下塗層用塗料成分》

##### (1)

酸化鉄粉末 (粒径: 0.11 $\times$ 0.02 $\mu\text{m}$ )	68部
アルミナ ( $\alpha$ 化率: 50%、粒径: 0.07 $\mu\text{m}$ )	8部
カーボンブラック (粒径: 25 nm)	24部
ステアリン酸	2.0部
塩化ビニル共重合体	8.8部
(含有-SO <sub>3</sub> Na基: 0.7 $\times$ 10 <sup>-4</sup> 当量/g)	
ポリエステルポリウレタン樹脂	4.4部
(Tg: 40°C、含有-SO <sub>3</sub> Na基: 1 $\times$ 10 <sup>-4</sup> 当量/g)	
シクロヘキサノン	25部
メチルエチルケトン	40部
トルエン	10部

##### (2)

ステアリン酸ブチル	2部
オレイン酸オレイル	6部
シクロヘキサノン	70部
メチルエチルケトン	50部
トルエン	20部

##### (3)

ポリイソシアネート	1.4部
シクロヘキサノン	10部
メチルエチルケトン	15部
トルエン	10部

【0035】

##### 《磁性層用塗料成分》

##### (1)

強磁性鉄系金属粉 (Co/Fe: 30 at%、Y/(Fe+Co): 3 at%、Al/(Fe+Co): 5 wt%、Ca/Fe: 0、 $\sigma_s$ : 155 A  $\cdot$  m<sup>2</sup> / kg、Hc: 188.2 kA/m、pH: 9.4、長軸長: 0.10  $\mu\text{m}$ )

	100部
塩化ビニル-ヒドロキシプロピルアクリレート共重合体	12.3部
(含有-SO <sub>3</sub> Na基: 0.7 $\times$ 10 <sup>-4</sup> 当量/g)	
ポリエステルポリウレタン樹脂	5.5部
(含有-SO <sub>3</sub> Na基: 1.0 $\times$ 10 <sup>-4</sup> 当量/g)	
$\alpha$ -アルミナ (平均粒径: 0.2 $\mu\text{m}$ )	8部
$\alpha$ -アルミナ (平均粒径: 0.07 $\mu\text{m}$ )	2部
カーボンブラック	2.0部
(平均粒径: 75 nm、DBP吸油量: 72 cc/100 g)	
メチルアシッドホスフェート	2部
ステアリン酸	1.5部
オレイン酸オレイル	5部
テトラヒドロフラン	65部

11

メチルエチルケトン  
トルエン

(2)

ポリイソシアネート  
シクロヘキサノン

【0036】上記の下塗層用塗料成分において(1)をニーダで混練したのち、(2)を加えて攪拌の後サンドミルで滞留時間を60分として分散処理を行い、これに(3)を加え攪拌・濾過した後、下塗層用塗料とした。これとは別に、上記の磁性層用塗料成分(1)をニーダで混練したのち、サンドミルで滞留時間を45分として分散し、これに磁性層用塗料成分(2)を加え攪拌・濾過後、磁性塗料とした。上記の下塗層用塗料を、厚さ62 $\mu$ mのポリエチレンテレフタレートフィルムからなる支持体上に、乾燥、カレンダー後の厚さが片面で1.1 $\mu$ mとなるように塗布し、この下塗層上に、さらに上記の磁性塗料をランダム配向処理、乾燥、カレンダー処理後の磁性層の厚さが片面で0.08 $\mu$ mとなるようにウエット・オン・ウエットで塗布し、ランダム配向処理後、ドライヤおよび遠赤外線を用いて乾燥し、磁気シートを得た。

【0037】このようにして得られた磁気シートを金属ロールからなる5段カレンダーで、温度80℃、線圧150kg/cmの条件で鏡面化処理し、磁気シートをコアに巻いた状態で60℃で24時間エージングしたのち、3.5インチサイズに打ち抜いた。これをアルミナ研磨テープ(WA-6000：アルミナ平均粒子径2 $\mu$ m、表面粗さ0.4 $\mu$ m)による表面研磨処理(エア圧0.25MPa、研磨時間1秒、ディスク回転数2,000rpm)を施し、さらに70℃で24時間エージング処理後、面振れ幅60 $\mu$ mハブに接着したのち、リフターのない不織布付きジャケットに挿入させて磁気ディスクを作製した。

【0038】実施例2～13：一部条件を表1ないし表3の条件に変更したことを除き、実施例1と同様にして実施例2～13の磁気ディスクを作製した。

【0039】実施例14：下塗層のアルミナ8重量部を除き、酸化鉄を76重量部に変更したことを除き実施例1と同様にして磁気ディスクを作製した。

【0040】比較例1～4：一部条件を表4の条件に変

12

245部  
85部

2.0部

167部

更したことを除き、実施例1と同様にして比較例1～4の磁気ディスクを作製した。

【0041】上記の実施例1～14および比較例1～4の各磁気ディスクについて、以下の方法により測定を行った。測定結果を表1ないし表4に示す。

【0042】<磁性層厚み(d1)および下塗層厚み(d2)>厚みの測定は、磁気テープを樹脂埋めし、それをダイヤモンドカッターで切り出し、その断面を透過型電子顕微鏡で観察して厚みを測定し、その平均値から磁性層厚み(d1)および下塗層厚み(d2)を求めた。

【0043】<磁性層厚みむら>磁性層厚みむらは、磁性層厚み(d1)を求めるときの厚みの最大値M(max)、最小値をM(min)とし、次式のように定義する。

磁性層厚みむら(%) =  $(|M(\max) - M(\min)| / d1) \times 100$

【0044】<磁気特性>磁気ディスクの磁気特性は、東英工業社製の試料振動型磁力計VSM-3を用いて、磁場0.80MA/m(10kOe)で測定した。測定試料は8mmφの円板状とし、媒体面内方向の保磁力(Hc)、残留磁束密度(Br)を測定した。

【0045】<磁性面の表面粗さ>磁性面の表面粗さは、光干渉三次元表面粗さ計を用いて測定した。

【0046】<再生出力と出力対ノイズ>ディスク回転用NTN社製スピンドルモータSPU-MUX158GV3とヘッド位置調整用中央精機製精密ステージMM-40X・Y、MM-40Z、MM-40GUおよびMM-40GLよりなる電磁変換特性評価装置に、ライトヘッドとしてトラック幅3 $\mu$ mインダクティブヘッドを用い、リードヘッドとしてトラック幅1.5 $\mu$ mMRヘッドを用いて記録(記録波長0.37 $\mu$ m)・再生することによって求めた。再生出力と出力対ノイズは、比較例1テープを0dBとした時の値である。

【0047】

【表1】



	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
磁性層厚み: d1 ( $\mu\text{m}$ )	0.08	0.08	0.08	0.10	0.10
d2/d1	13.8	25.0	40.5	10.0	20.0
磁性層厚みむら (%)	14.5	10.8	6.5	14.9	11.0
Br · d1 ( $\mu\text{Tm}$ )	0.033	0.033	0.033	0.040	0.040
磁性層保磁力 (kA/m)	185	185	185	185	185
	金属粉 長軸長0.1 $\mu\text{m}$	同左	同左	同左	同左
下塗り層の粉体					
CB (重量%)	24	24	24	24	24
CB平均粒径 (nm)	25	25	25	25	25
酸化鉄 (重量%)	68	68	68	68	68
酸化鉄平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	0.11×0.02	0.11×0.02	0.11×0.02	0.11×0.02	0.11×0.02
支持体厚 ( $\mu\text{m}$ )	62	62	62	62	62
遠赤外線乾燥	有り	有り	有り	有り	有り
磁性面粗度 Ra (nm)	1.5	1.6	1.4	1.8	1.7
出力 (dB)	+0.5	+0.6	+1.1	+0.4	+0.5
S/N比	+1.5	+3.5	+4.5	+1.3	+2.1

【0048】

\* \* 【表2】

	実施例 6	実施例 7	実施例 8 (*)	実施例 9	実施例 10
磁性層厚み: d1 ( $\mu\text{m}$ )	0.05	0.05	0.05	0.08	0.08
d2/d1	25.0	100.0	110.0	13.8	13.8
磁性層厚みむら (%)	12.4	7.0	8.0	14.1	14.5
Br · d1 ( $\mu\text{Tm}$ )	0.021	0.021	0.021	0.018	0.035
磁性層保磁力 (kA/m)	186	186	186	235	150
	金属粉 長軸長0.1 $\mu\text{m}$	同左	同左	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ・Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 板径: 10nm	金属粉 長軸長0.15 $\mu\text{m}$
下塗り層の粉体					
CB (重量%)	24	24	24	24	24
CB平均粒径 (nm)	25	25	25	25	25
酸化鉄 (重量%)	68	68	76	68	68
酸化鉄平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	0.08×0.015	0.08×0.015	0.08×0.015	0.11×0.02	0.11×0.20
支持体厚 ( $\mu\text{m}$ )	62	62	62	62	62
遠赤外線乾燥	有り	有り	有り	有り	有り
磁性面粗度 Ra (nm)	1.9	1.5	1.8	2.0	1.7
出力 (dB)	+0.6	+1.0	+0.6	+0.3	+0.3
S/N比	+2.8	+4.3	+3.5	+1.3	+1.2

注) 実施例 8 (\*) → ・下層: 同じ塗料を同時二層塗り  
・コストアップ

【0049】

【表3】

	実施例 1 1	実施例 1 2	実施例 1 3	実施例 1 4
磁性層厚み: d1 ( $\mu\text{m}$ )	0.08	0.08	0.08	0.08
d2/d1	13.8	13.8	13.8	13.8
磁性層厚みむら (%)	14.3	14.5	14.6	11.5
Br · d1 ( $\mu\text{Tm}$ )	0.038	0.016	0.013	0.033
磁性層保磁力 (kA/m)	160	320	350	185
	金属粉 長軸長0.12 $\mu\text{m}$	バクミライト 板径: 30nm	バクミライト 板径: 28nm	金属粉 長軸長0.1 $\mu\text{m}$
下塗り層の粉体				
CB (重量%)	24	24	24	24
CB平均粒径 (nm)	25			
酸化鉄 (重量%)	68	68	76	76
酸化鉄平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	0.11×0.02	0.11×0.02	0.11×0.02	0.11×0.02
支持体厚 ( $\mu\text{m}$ )	62	62	62	62
遠赤外線乾燥	有り	有り	有り	有り
磁性面粗度 Ra (nm)	1.8	2.0	2.1	1.7
出力 (dB)	+0.4	+0.2	+0.1	+1.0
S/N比	+1.4	+1.1	+0.8	+2.9

【0050】

\* \* 【表4】

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
磁性層厚み: d1 ( $\mu\text{m}$ )	0.08	0.10	0.20	0.08
d2/d1	13.8	8.0	5.5	40.5
磁性層厚みむら (%)	27.2	30.8	35.2	25.5
Br · d1 ( $\mu\text{Tm}$ )	0.033	0.035	0.042	0.033
磁性層保磁力 (kA/m)	185	186	183	187
下塗り層の粉体				
CB (重量%)	24	24	24	24
CB平均粒径 (nm)	25	25	25	25
酸化鉄 (重量%)	68	68	68	68
酸化鉄平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	0.11×0.02	0.11×0.02	0.11×0.02	0.11×0.02
支持体厚 ( $\mu\text{m}$ )	62	62	62	62
遠赤外線乾燥	無し	無し	無し	無し
磁性面粗度 Ra (nm)	2.0	2.0	2.0	2.5
出力 (dB)	0	-0.1	-1.0	-0.2
S/N比	0	-1.0	-2.1	+0.2

【0051】

【発明の効果】表1ないし表4に示した実施例1～14および比較例1～4の評価結果から明らかなように、磁性層の厚さが0.01～0.10  $\mu\text{m}$ 、磁性層の厚みむらが※

※15%以下である本発明の磁気ディスクは、記憶容量が高い優れた磁気ディスクである。特に、MRヘッドを使用した場合の再生出力、出力対ノイズ比が高く、優れている。

フロントページの続き

(72)発明者 葉切 和彦  
大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マ  
クセル株式会社内

(72)発明者 田中 憲司  
大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マ  
クセル株式会社内

Fターム(参考) 5D006 BA19 CA05 FA09  
5E040 AA11 AA19 CA06 NN06 NN12  
NN13